

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций действующих  
веществ пестицидов в воздушной среде и  
смывах с кожных покровов операторов**

Сборник

МУК 4.1.2813—10; 4.1.2814—10;  
4.1.2846—4.1.2849—11

Издание официальное

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей  
и благополучия человека**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций действующих веществ  
пестицидов в воздушной среде и смывах  
с кожных покровов операторов**

Сборник  
МУК 4.1.2813—10; 4.1.2814—10;  
4.1.2846—4.1.2849—11

ББК 51.21  
ИЗ7

**ИЗ7 Измерение концентраций действующих веществ пестицидов в воздушной среде и смывах с кожных покровов операторов: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—76 с.**

ISBN 978—5—7508—1066—6

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены имени Ф. Ф. Эрисмана.
2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 28.12.2010 № 3).
3. Введены в действие с момента утверждения.
4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Редакторы Е. В. Николаева, Л. С. Кучурова  
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 15.09.11

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 4,75  
Заказ 121

Федеральная служба по надзору  
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован  
отделом издательского обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2011  
© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

## Содержание

Измерение концентраций ципроконазола в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2813—10 .....	4
Измерение концентраций паклобутразола в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2814—10 .....	15
Измерение концентраций С-метолахлора в атмосферном воздухе населенных мест методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2846—11 .....	28
Измерение концентраций флуопирама в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2847—11 .....	39
Измерение концентраций тепралоксидима в атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2848—11 .....	52
Измерение концентраций просульфокарба в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2849—11 .....	64

**УТВЕРЖДАЮ**

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

31 марта 2011 г.

Дата введения: с момента утверждения

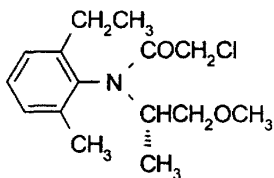
**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Измерение концентраций С-метолахлора  
в атмосферном воздухе населенных мест методом  
капиллярной газожидкостной хроматографии**

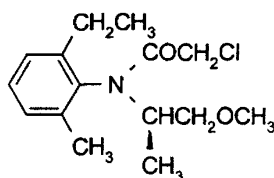
**Методические указания  
МУК 4.1.2846—11**

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для измерения концентрации С-метолахлора в атмосферном воздухе населенных мест в диапазоне 0,01—0,1 мг/м<sup>3</sup>.

Смесь изомеров (aRS, 1S)-2-хлор-6'-этил-N-(2-метокси-метил-этил)ацето-о-толуидид и (aRS, 1R)-2-хлор-6'-этил-N-(2-метокси-метил-этил)ацето-о-толуидид = 80—100 % : 20—0 % (IUPAC)



(aRS, 1S)-



(aRS, 1R)-

C<sub>15</sub>H<sub>22</sub>ClNO<sub>2</sub>

Мол. масса 283,8

Прозрачная, от желтого до коричневого цвета жидкость без специфического запаха. Температура плавления -61,1 °С. Давление паров

3,7 мПа (при 25 °С). Плотность – 1,117 (20 °С). Коэффициент распределения *n*-октанол-вода  $K_{ow} \log P = 3,05$  (20 °С). Растворимость в воде 480,0 мг/дм<sup>3</sup> (25 °С). Растворим в большинстве органических растворителей. Гидролитически стабилен DT<sub>50</sub> > 200 дней (рН 7—9, 20 °С).

Агрегатное состояние в атмосферном воздухе – пары и аэрозоль.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс – 2 672 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD<sub>50</sub>) для кроликов > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC<sub>50</sub>) для крыс – 2 910 мг/м<sup>3</sup> воздуха (4 ч).

*Область применения*

С-метолахлор – высокоэффективный гербицид для борьбы с однолетними злаковыми и рядом важнейших двудольных сорняков на широком спектре культур.

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,02 мг/м<sup>3</sup>.

## 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 %, при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерений

Измерения концентраций С-метолахлора выполняют методом капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с электронозахватным детектором (ЭЗД).

Концентрирование С-метолахлора из атмосферного воздуха осуществляют на пробоотборную систему из последовательно соединенных бумажного фильтра «синяя лента» и фильтра из пенополиуретана (ППУ), экстракцию с фильтров проводят смесью ацетон : гексан = 3 : 7 (по объему).

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,2 нг. Средняя полнота извлечения с пробоотборной системы (фильтр «синяя лента» и фильтр из ППУ) – 97,33 %.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### 3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный электронозахватным детектором с пределом детектирования по линдану

МУК 4.1.2846—11

3,5 × 10 <sup>-14</sup> г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой	Номер Госреестра 14516-08
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Меры массы	ГОСТ 7328—2001
Микрошприц типа SGE-Cromatek, вместимостью 10 мм <sup>3</sup>	Номер Госреестра 39206-08
Пробоотборное устройство ОП-442ТЦ ЗАО «ОПТЕК» г. Санкт-Петербург	Номер Госреестра 18860-05
Барометр-анероид М-67	ТУ 25.04-1797—75
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 25-2021.003—88
Колбы мерные вместимостью 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227—91

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### 3.2. Реактивы

С-метолахлор, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,6 %, относительная погрешность аттестованного значения ±0,3 % (CAS № 87392-12-9, CGA 77102, фирма «Syngenta»)	
Азот газообразный нулевой, марка А (99,999 %) в баллонах	ТУ 6-21-39—96
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
н-Гексан, хч	ТУ 2631-003-0580799—98
Калий марганцово-кислый (перманганат калия), хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый (карбонат калия, поташ), хч, прокаленный	ГОСТ 4221—76
Кислота серная концентрированная, осч	ГОСТ 14262—78
Спирт этиловый (этанол) ректифицированный	ГОСТ Р 51652—2000 или ГОСТ 18300—87

Возможно использование реактивов более высокой квалификации, которые не требуют выполнения п. 7.1 (очистка).

### 3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-бс	ТУ 64-1-2851—78
--------------------------------------	-----------------

Баня водяная	ТУ 4622603—75
Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные	ТУ 2642-001-05015242—07
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Воронки конусные диаметром 40—45 мм	ГОСТ 25336—82
Груша резиновая	ТУ 9398-005-0576-9082—2003
Колба Буنزена	ГОСТ 25336—82
Колбы конические круглодонные (для упаривания) на шлифе вместимостью 150 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737—93
Механическая (бытовая) ломтерезка	
Насос водоструйный стеклянный	ГОСТ 25336—82
Пенополиуретан ППУ ПЕНОР 301 Арктика	ТУ 2254-018-329-57768—2002
Пинцет медицинский	ГОСТ 21241—89
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336—82
Стекловата	
Стекловолоконные палочки	
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 30	
Ротационный вакуумный испаритель	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтродержатель	
Хроматографическая колонка капиллярная DB-1701, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм	
Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.	

#### 4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—79, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004—90.



4.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см<sup>2</sup>), необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

## 5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускают специалиста, имеющего квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на газовом хроматографе, освоившего данную методику и подтвердившего экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений по п. 12.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха ( $20 \pm 5$ ) °С и относительной влажности не более 80 %;
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление градуировочных растворов и растворов внесения, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров «синяя лента», фильтров из ППУ для отбора проб, отбор проб.

### 7.1. Очистка растворителей

#### 7.1.1. Ацетон

Ацетон перегоняют над небольшим количеством перманганата калия и прокаленным карбонатом калия или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 30.

#### 7.1.2. Гексан

Гексан последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над карбонатом калия.

## **7.2. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения**

7.2.1. *Исходный раствор С-метолахлора для градуировки (концентрация 200 мкг/см<sup>3</sup>).* В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,02 г С-метолахлора, растворяют в 50—60 см<sup>3</sup> ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в холодильной камере при температуре 4—6 °С не более 2 месяцев.

7.2.2. *Раствор № 1 С-метолахлора для градуировки и внесения (концентрация 20,0 мкг/см<sup>3</sup>).* В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> исходного раствора с концентрацией 200 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.2.1), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают раствор № 1 с концентрацией С-метолахлора 20,0 мкг/см<sup>3</sup>.

Хранят в холодильной камере при температуре 4—6 °С в течение 1 месяца.

7.2.3. *Рабочие растворы № 2—5 С-метолахлора для градуировки и внесения (концентрация 0,2—2,0 мкг/см<sup>3</sup>).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 1,0; 2,0; 5,0 и 10,0 см<sup>3</sup> раствора для внесения № 1 с концентрацией 20,0 мкг/см<sup>3</sup> (п. 7.2.2), доводят до метки этилацетатом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы № 2—5 с концентрацией С-метолахлора 0,2; 0,4; 1,0 и 2,0 мкг/см<sup>3</sup>.

Растворы № 2—5 хранят в холодильной камере при температуре 4—6 °С в течение 14 дней.

Растворы № 1—5 используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «вне-сено-найдено».

## **7.3. Установление градуировочных характеристик**

Градуировочная характеристика, выражающая зависимость площади пика (мВ · с) от концентрации С-метолахлора в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.3.1.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Устанавливают площади пиков (мВ · с), на основании которых строят градуировочную зависимость. Градуировочный график проверяют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов. Если значения площадей отличаются более, чем на 11 % от данных, заложенных

в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

### *7.3.1. Условия хроматографирования*

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Газовый хроматограф, снабженный электрозахватным детектором.

Колонка капиллярная DB-1701, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм.

Температура: детектора – 320 °С

испарителя – 280 °С.

Температура термостата колонки программируемая. Начальная температура – 160 °С, выдержка 1 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 230 °С, выдержка 2 мин, нагрев колонки со скоростью 10 градусов в минуту до температуры 280 °С, выдержка 2 мин.

Скорость газа 1 (азот): давление 80 кПа, 35,965 см<sup>3</sup>/с, поток 1,711 см<sup>3</sup>/мин.

Газ 2 (азот): деление потока 1 : 4,1; сброс 7,01 см<sup>3</sup>/мин.

Хроматографируемый объем: 1 мм<sup>3</sup>.

Ориентировочное время выхода С-метолахлора: ~ 16 мин.

Линейный диапазон детектирования: 0,2—2,0 нг.

### *7.4. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха*

Из пенополиуретана вырезают фильтр толщиной 2—2,5 мм, диаметром 48—50 мм, соответствующий внутреннему диаметру фильтродержателя. Диаметр бумажного фильтра «синяя лента» также должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры из пенополиуретана и бумаги последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетоном порциями 25—30 см<sup>3</sup>, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

## **8. Отбор и хранение проб**

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02—81 «ОПА. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест». Воздух с объемным расходом 5 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через пробоотборную систему, состоящую из последовательно соединенных бумажного фильтра «синяя лента» и фильтра из пенополиуретана (ППУ), помещенных в фильтродержатель.

Для измерения концентрации С-метолахлора на уровне предела обнаружения – 0,5 ОБУВ (0,01 мг/м<sup>3</sup>) необходимо отобрать 40 дм<sup>3</sup> воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при температуре 4—6 °С – 14 дней.

### 9. Выполнение измерений

Экспонированные фильтры (бумажный фильтр «синяя лента» и фильтр из ППУ) переносят в химический стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup>, заливают 20 см<sup>3</sup> смеси ацетон : гексан = 3 : 7 (по объему), помещают на встряхиватель на 15 мин. Растворитель сливают, фильтры еще дважды обрабатывают новыми порциями смеси объемом 10 см<sup>3</sup>, выдерживая на встряхивателе по 10 мин.

Объединенный экстракт переносят (через воронку) в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 2 см<sup>3</sup> гексана, тщательно перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п. 7.3.1.

Пробу вводят в испаритель хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика (mV · с) действующего вещества, с помощью градуировочной характеристики определяют концентрацию С-метолахлора в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор с концентрацией 2,0 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют гексаном более чем в 50 раз.

### 10. Обработка результатов анализа

Концентрацию С-метолахлора в пробе воздуха ( $X$ ), мг/м<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле:

$$X = C \frac{W}{V_i}, \text{ где}$$

$C$  – концентрация С-метолахлора в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см<sup>3</sup>;

$W$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>;

$V_i$  – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), дм<sup>3</sup>.

$$V_i = \frac{R \cdot P \cdot ut}{273 + T}, \text{ где}$$

$T$  – температура воздуха при отборе проб (на входе в аспиратор), °С;

$P$  – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

$u$  – расход воздуха при отборе пробы,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ ;

$t$  – длительность отбора пробы, мин;

$R$  – коэффициент, равный 0,357 для атмосферного воздуха.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \text{ где} \quad (1)$$

$X_1, X_2$  – результаты параллельных определений,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;

$r$  – значение предела повторяемости (таблица), при этом  $r = 2,8 \sigma$ .

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

## 11. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа  $\bar{X}$  в  $\text{мг}/\text{м}^3$ , характеристика погрешности  $\delta$ , % (таблица),  $P = 0,95$  или

$$\bar{X} \pm \Delta \text{ мг}/\text{м}^3, P = 0,95, \text{ где}$$

$\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;

$\Delta$  – граница абсолютной погрешности,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;

$$\Delta = \delta \cdot \frac{X}{100},$$

$\delta$  – граница относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, таблица), %.

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

Если содержание вещества менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание С-метолахлора в пробе атмосферного воздуха – менее 0,01  $\text{мг}/\text{м}^3$ »\**.

\* – 0,01  $\text{мг}/\text{м}^3$  – предел обнаружения при отборе 40  $\text{дм}^3$  атмосферного воздуха.

## 12. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Таблица

**Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля точности, повторяемости, воспроизводимости**

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/м <sup>3</sup>	Характеристика погрешности, ± δ, %, P = 0,95	Норматив оперативного контроля точности, K, мг/м <sup>3</sup> , мкг/смыв (P = 0,95, m = 2)	Стандартное отклонение повторяемости, σ <sub>r</sub> , мг/м <sup>3</sup> , мкг/смыв	Предел повторяемости, мг/м <sup>3</sup> , мкг/смыв	Предел воспроизводимости, R, мг/м <sup>3</sup> , мкг/смыв (P = 0,95, m = 2)
Атмосферный воздух	0,01—0,1	10,2	0,21 · $\bar{X}$	0,02 · $\bar{X}$	0,05 · $\bar{X}$	0,06 · $\bar{X}$

$X$  – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе,  $\bar{X}$  – среднее значение (мг/м<sup>3</sup>).

12.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

12.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Образцами для контроля являются реальные пробы атмосферного воздуха. Объем отобранной для контроля процедуры выполнения анализа пробы воздуха должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Экстракт с фильтров делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы –  $X$ . Во вторую часть вносят добавку анализируемого компонента (величина добавки  $X_0$  должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе, общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой –  $X'$ . Результаты анализа исходной рабочей пробы ( $X$ ) и рабочей пробы с добавкой ( $X'$ ) получают в условиях повторяемости (один аналитик, использование одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Решение об удовлетворительности процедуры анализа принимают при выполнении условия:

$$|X' - X - X_0| \leq K, \text{ где} \quad (2)$$

$$K = 0,21 \cdot \bar{X},$$

$$\bar{X} = 1/2 (X + X' - X_0), \text{ где}$$

$X, X'$  – результаты измерений исходной рабочей пробы и пробы с добавкой, соответственно, мг/м<sup>3</sup>;

$X_0$  – величина добавки, мг/м<sup>3</sup>;

$K$  – норматив оперативного контроля точности (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/м<sup>3</sup>.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости ( $R$ ):

$$|X_1 - X_2| \leq R, \text{ где} \quad (3)$$

$$R = 0,06 \cdot \bar{X};$$

$$\bar{X} = 1/2 (X_1 + X_2), \text{ где}$$

$X_1, X_2$  – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/м<sup>3</sup>;

$R$  – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица), мг/м<sup>3</sup>.

Если выполняется условие (3), то воспроизводимость измерений считается удовлетворительной.

При превышении норматива контроля воспроизводимости эксперимент повторяют, при повторном превышении указанного норматива выясняют причины и по возможности их устраняют.

### 13. Разработчики

Юдина Т. В., Ларькина М. В., Рогачева С. К. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»).